

Quantitative Bestimmung von Chlor neben Brom. Methode von L. Moser.¹⁾

Die Bestimmung beruht auf der Eigenschaft der Ammoniumhalogenide bei Temperaturen bis zu 300 Grad in Ammoniak und Halogenwasserstoff zu dissoziieren, welcher letzterer weiter in Halogen und Wasserstoff zerfällt. Wird ein Gemisch von Chlorsilber und Bromsilber mit Ammoniumbromid oder Ammoniumjodid im Muffelofen bei 250 bis 300 Grad abgeraucht, so wird das gesamte Halogensilber in Bromsilber oder Jodsilber übergeführt.

Zur Bestimmung muß die organische Substanz vorerst entweder nach der Methode von Carius oder nach der Bestimmung im Perlenrohr nach Pregl zerstört werden. Das gebildete Halogensilber wird jedoch nicht auf ein Filtrerröhrchen, sondern auf einen Mikro-Neubauer-Tiegel (s. S. 105) filtriert, bei 150 Grad getrocknet und gewogen. Der ganze Halogensilberniederschlag wird nun mit der sechsfachen Menge analysenreinen Ammoniumbromides oder Ammoniumjodides versetzt und im Muffelofen bei 250 bis 300 Grad erhitzt. Sobald das Ammoniumhalogenid verdampft ist, wird der Tiegel zurückgewogen. Bezüglich Abkühlung vor dem Wägen siehe S. 105. Das Erhitzen im Muffelofen muß wiederholt werden, bis die Gewichtskonstanz des Tiegels erreicht wird. Aus dem Gewicht des Halogensilbergemisches und dem Gewicht des daraus entstandenen Silberbromides oder Silberjodides wird der Gehalt an Chlor bzw. Brom nach der Tabelle 6 in Küsters Logarithmischen Rechentafeln errechnet. Die Abweichungen von der Theorie betragen 0,2 bis 1%.

Die quantitative Bestimmung des Schwefels.

Die quantitative Bestimmung des Schwefels kann analog der Halogenbestimmung nach der Mikro-Carius-Methode (S. 85) oder auch nach der Verbrennungsmethode im Perlenrohr nach Pregl ausgeführt werden. Im Gegensatz zur Halogenbestimmung ist bei der Schwefelbestimmung die Analyse im Perlenrohr vorteilhafter als die Analyse nach Carius.

Außer der gravimetrischen Methode kann die Schwefelbestimmung auch maßanalytisch durchgeführt werden, und zwar für Substanzen ohne Stickstoff- und Halogengehalt nach F. Pregl,

¹⁾ Mikrochemie, Pregl-Festschrift S. 293 (1929).